

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-208396

(43)Date of publication of application : 12.08.1997

(51)Int.Cl.

C30B 29/38
C30B 33/12
H01L 21/20
H01L 21/3065
H01L 33/00

(21)Application number : 08-018013

(71)Applicant : FURUKAWA ELECTRIC CO LTD:THE

(22)Date of filing : 05.02.1996

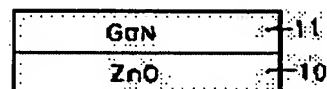
(72)Inventor : IKEDA MASAKIYO

(54) PRODUCTION OF GALLIUM NITRIDE SUBSTRATE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing an industrially usable GaN substrate having several mm square.

SOLUTION: A ZnO thin film 10 is formed on one surface of a substrate, e.g. Si substrate capable of etching with a reactive gas, e.g. Cl₂ or HCl, and a GaN layer 11 is thickly formed so as to have 300μm thickness on the ZnO thin film 10 and Si substrate is removed by etching from the rear surface while keeping the reaction temperature (1,000° C) to produce the objective industrially usable GaN substrate having several mm square.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-208396

(43) 公開日 平成9年(1997)8月12日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B	29/38		C 3 0 B	29/38 D
	33/12			33/12
H 0 1 L	21/20		H 0 1 L	21/20
	21/3065			33/00 C
	33/00			21/302 F
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)				

(21) 出願番号 特願平8-18013

(22) 出願日 平成8年(1996)2月5日

(71) 出願人 000005290

古河電気工業株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

(72) 発明者 池田 正清

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古

河電気工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 寒川 誠一

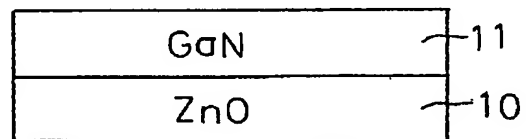
(54) 【発明の名称】 GaN基板の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 工業的に使用可能な数mm角のGaN基板を製造する方法を提供することである。

【解決手段】 反応性ガス例えばCl₂、またはHClをもってエッチングしうる基板例えばSi基板の1面にZnOの薄膜を形成し、このZnOの薄膜の上にGaN層を厚く例えば300μm厚に形成した後、反応温度

(1,000°C)に保持したまま、Si基板を裏面からエッチングして除去すること、したGaN基板を製造する方法であり、工業的に使用可能な数mm角のGaN基板を製造することができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】ハロゲン元素を使用してなす気相成長方法を使用してなすGa₂N基板の製造方法において、反応性ガスをもってエッチングしうる基板の1面にZnOの薄膜を形成し、

前記ハロゲン元素を使用してなす気相成長方法を使用して、前記ZnOの薄膜の上にGa₂N層を形成し、

前記基板の、前記ZnOの薄膜と前記Ga₂N層とが形成されている面と逆の面に、前記反応性ガスをもってなすエッチング法を、前記Ga₂N層の成長温度と同一の温度

において実行して、前記基板を除去し、

残留した前記Ga₂N層を有する前記基板を冷却することを特徴とするGa₂N基板の製造方法。

【請求項2】前記反応性ガスをもってエッチングしうる基板はSiであり、前記反応性ガスはCl₂、またはHClであることを特徴とする請求項1記載のGa₂N基板の製造方法。

【請求項3】前記Si基板の方位を(111)としてなすことを特徴とする請求項2記載のGa₂N基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、Ga₂N基板の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】Ga₂Nは禁制帯幅が3.44eVである直接遷移型III-V族化合物半導体であり、青色を発光する半導体発光素子を製造する材料として有用である。

【0003】Ga₂Nの半導体発光素子を製造するには、Ga₂Nのエピタキシャル層を形成する必要があるが、Ga₂Nのエピタキシャル層を形成するにはGa₂N基板を製造することが必要である。ところが、Ga₂N基板を製造することは困難である。Ga₂Nの融点は高く、2,000°Cであり、この2,000°CにおけるN₂のGa₂Nからの解離圧が10⁻⁴気圧と高いため、液相成長法を使用することが困難だからである。そのため、Ga₂Nの半導体発光素子は、サファイヤ上にMOCVD法を使用してエピタキシャル成長させたGa₂N層を使用して製造されている。この方法を使用して、1cdクラスのGa₂Nの発光素子を製造することができる。しかし、Ga₂Nとサファイヤとの熱膨張係数の差は大きく、成長後の冷却工程において発生する熱応力により、Ga₂Nのエピタキシャル層中には多くの欠陥が発生するから、結晶性のより高いGa₂Nエピタキシャル層の形成方法の開発が望まれている。

【0004】Ga₂N基板を製造する他の方法として、Detchprohm等が開発した、ハイドライド気相成長法を使用する方法が知られている。この方法の工程は、下記の通りである。

イ、スパッタ法を使用して、サファイヤ基板の上にZnOの薄膜を形成する。

ロ、このZnOの薄膜の上に、ハイドライド気相成長法を使用して、Ga₂N層を形成する。成長速度は、100μm/時である。

ハ、王水による超音波洗浄法を実行して、Ga₂N層とサファイヤ基板とを繋いでいるZnOの薄膜を溶解して、Ga₂N層をサファイヤ基板から分離する。

【0005】この方法は、16.1%と大きいサファイヤとGa₂Nとの格子不整合率の影響を避けるため、それらの間にZnOを中間層として挟入することとし、Ga₂Nの成長後に、ZnOの中間層を溶解除去することとしたものである。

【0006】ハイドライド気相成長法を実行するには、図6に示す反応炉が使用される。

【0007】図6参照

図において、1は反応管であり、2は基板支持台であり、基板3の置かれる領域は反応時1,000°Cに保持される。4はGa溜めであり、反応時900°Cに保持される。5は第1ガス供給管であり、HClをN₂で希釈し、Ga溜め4中に入れられるGaを塩化物として、基板3近傍に供給する。6は第2ガス供給管であり、キャリアガスN₂を供給する。7は第3ガス供給管であり、NH₃とN₂との混合ガスを供給する。8は加熱手段である。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】サファイヤの熱膨張係数は7.5×10⁻⁶K⁻¹であり、Ga₂Nの熱膨張係数は56×10⁻⁶K⁻¹であり、相互に大きく相違している。そのため、上記したハイドライド気相成長法を使用してなすGa₂N基板を製造する方法を実施して製造したGa₂N基板を、反応温度(1,000°C)から室温まで冷却する間に大きな熱応力が発生し、Ga₂N層の厚さが例えば300μmの場合、クラックが発生する。そのため、工業的に使用可能な数mm角のGa₂N基板は製造することができない。そこで、工業的に使用可能な数mm角のGa₂N基板を製造方法の開発が望まれていた。

【0009】本発明の目的はこの要望に応えることにあり、工業的に使用可能な数mm角のGa₂N基板を製造する方法を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、本発明に係るGa₂N基板の製造方法においては、反応性ガス例えばCl₂、またはHClをもってエッチングしうる基板例えばSi基板の1面にZnOの薄膜を形成し、このZnOの薄膜の上にGa₂N層を厚く例えば300μm厚に形成した後、反応温度(1,000°C)に保持したまま、Si基板を裏面からエッチングして除去することとした。

【0011】反応温度においては、Ga₂N層に熱応力は

発生していないので、降温することなく基板をエッチング除去してしまえば、その後降温しても、Ga₂N層に熱応力が発生することなく、熱応力にもとづくクラックの発生はありえないので、工業的に使用可能な数mm角のGa₂N基板を製造することができる。

【0012】

【発明の実施の形態】以下、図面を参照して、本発明の実施の形態の1例に係るGa₂N基板の製造方法について説明する。

【0013】第1工程

図2参照

Ar/O₂スパッタ蒸着法を使用して、20mm×20mmのSi基板9の上にZnOの薄膜10を、厚さ180nmに形成する。

【0014】第2工程

図3参照

ZnOの薄膜10の上にGa₂N層11を厚く形成する。

【0015】この工程に使用する反応炉を図4に示す。

【0016】図4参照

図において、1は反応管である。2は基板支持台であるが、本例においては、基板3の底面に対向する領域に開口が形成されている。後の工程において、Si基板9をエッチングするガスがSi基板9に接触することを可能にするためである。基板3は反応時1,000°Cに保持される。4はGa溜めであり、反応時900°Cに保持される。5は第1ガス供給管であり、N₂とNH₃との混合ガスまたはN₂が供給される。6は第2ガス供給管であり、N₂とHClとの混合ガスまたはN₂ガスが供給される。Ga溜め4中に入れられるGaを塩化物として基板3の近傍に供給する。7は第3ガス供給管であり、N₂とHClとの混合ガスまたはN₂ガスが供給される。ガス供給管4・5・6のそれぞれの間には仕切り板が設けられているので、ガス供給管4・5・6のそれぞれによって供給されるガスは基板3近傍より上流で混合することはない。

【0017】図5参照

図にガス供給シーケンスを示す。まず、基板領域を1,000°Cに加熱し、Ga溜め領域を900°Cに加熱する。加熱が完了したら、時点t₁において、第1ガス供給管5にN₂とNH₃との混合ガスまたはN₂を供給し、第2ガス供給管6にN₂とHClとの混合ガスまたはN₂ガスを供給して、基板3のZnO層10の上にGa₂N層11を、厚さ280μmに堆積する。第2ガス供給管6を介してなされるHClの供給は、Ga₂N層11の堆積が時点t₁において完了するまで継続される。一方、第1ガス供給管5を介してなされるNH₃の供給は、Si基板9のガスエッチングが時点t₁において終了し、反応炉の温度が低下し基板3の近傍の温度が500°Cまで低下した時点t₂まで継続される。Ga₂N層11の堆積がかなり進行した時点t₃において、第3ガ

ス供給管7からHClが供給され、Si基板9のガスエッチングを開始する。このガスエッチング開始時点t₁には、Ga₂N層11の堆積が完了している必要はない。むしろ、Ga₂N層11の成長途中からガスエッチングを開始する方がGa₂N基板の製造に要する時間を短縮する効果がある。第3ガス供給管7を介してなすHClの供給は、Si基板9のガスエッチング終了する時点t₂まで継続される。ガスエッチングが終了したら、反応炉の温度を低下する。反応炉の温度が500°Cまで低下したら、第1ガス供給管5を介してなすNH₃の供給を停止する。その後、反応炉の温度は継続して低下されて、室温に達する。

【0018】図1参照

以上の工程をもって、図示するGa₂N基板を製造することができる。厚さは280μmであり、長さ幅とも20mmであり、工業的に使用可能である。

【0019】ガス供給量の1例を下記する。第1ガス供給管5を介して供給されるガス量は、N₂ 5,200cc/分およびNH₃ 800cc/分またはN₂ 6,000cc/分である。第2ガス供給管6を介して供給されるガス量は、N₂ 440cc/分およびHCl 60cc/分またはN₂ 500cc/分である。第3ガス供給管7を介して供給されるガス量は、N₂ 450cc/分およびHCl 50cc/分またはN₂ 500cc/分である。この流量をもって、反応領域において、基板3の上面の流速と基板3の下面の流速とはおおよそ同一となる。

【0020】ガス供給時間の1例を下記する。第2ガス供給管6を介してなすHClの供給時間（Ga₂Nの成長時間）は300分であり、第3ガス供給管7を介してなすHClの供給時間（Si基板9のガスエッチング時間）は240分であり、Ga₂Nの成長開始時点からSi基板9のガスエッチング開始までの時間は60分である。

【0021】なお、Cl₂もSi基板のガスエッチングに使用できるので、第3ガス供給管7を介して供給されるガスを、HClに替えてCl₂を使用すること、しても支障はない。

【0022】以上の工程をもって、厚さが約300μmであり、長さ・幅とも20mmのGa₂N基板を製造することができる。

【0023】

【発明の効果】以上説明したとおり、本発明においては、反応性ガス例えばCl₂、またはHClをもってエッチングする基板例えばSi基板の1面にZnOの薄膜を形成し、このZnOの薄膜の上にGa₂N層を厚く形成した後、反応温度に保持したまま、Si基板を裏面からエッチングして除去すること、してあり、反応温度においてはGa₂N層に熱応力は発生しておらず、降温することなく基板をエッチング除去してしまえば、その後、降

温してもGa₂N層に熱応力が発生することなく、熱応力にもとづくクラックの発生はありえないので、工業的に使用可能な数mm角のGa₂N基板を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態の1例に係るGa₂N基板の製造方法を実施して製造したGa₂N基板の断面図である。

【図2】本発明の実施の形態の1例に係るGa₂N基板の製造方法のZnOの薄膜形成工程完了後の基板の断面図である。

【図3】本発明の実施の形態の1例に係るGa₂N基板の製造方法のGa₂N層形成工程完了後の基板の断面図である。

【図4】本発明の実施の形態の1例に係るGa₂N基板の製造方法のGa₂N層形成工程の実施に使用される反応炉の概念的構成図である。

*

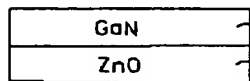
*【図5】本発明の実施の形態の1例に係るGa₂N基板の製造方法のGa₂N層形成工程のガス供給シーケンスである。

【図6】従来技術に係るGa₂N基板製造方法の実施に使用される反応炉の概念的構成図である。

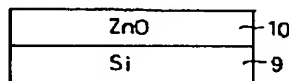
【符号の説明】

- 1 反応管
- 2 基板支持台
- 3 基板
- 4 Ga溜め
- 5 第1ガス供給管
- 6 第2ガス供給管
- 7 第3ガス供給管
- 8 加熱手段
- 9 Si基板
- 10 ZnOの薄膜
- 11 Ga₂N層

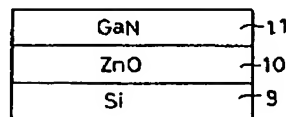
【図1】



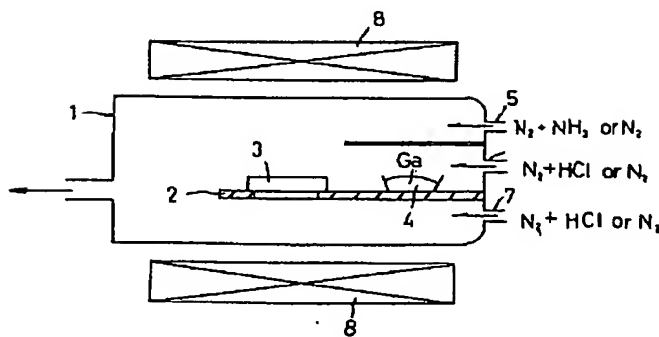
【図2】



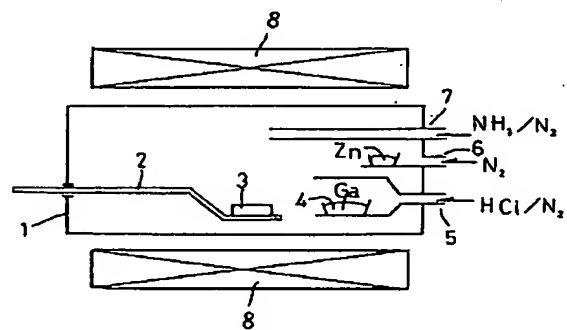
【図3】



【図4】



【図6】



【図5】

